

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-317123

(43)Date of publication of application : 02.12.1998

---

(51)Int.Cl.

C23C 14/06  
B23P 15/28  
C23C 16/30  
C23C 28/04  
C23C 30/00  
// B23B 27/14

---

(21)Application number : 09-143483

(71)Applicant : TOSHIBA TUNGALOY CO LTD

(22)Date of filing : 16.05.1997

(72)Inventor : KOBATA MAMORU

WATANABE TOSHIYUKI

SEKI KATSUHIKO

---

## (54) CRYSTALLINE ORIENTED HARD COATED MEMBER

### (57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To provide a crystalline oriented hard coated material excellent in various properties in the wide range from the low temperature to the high temperature and excellent in service life by forming a coating film consisting of a single layer of one kind of, or a multilayer of two or more kinds of nitride, carbonitride, nitrooxide, carbooxide and carbonitride oxide of Ti and Al on a base material, and maximizing the peak intensity of the crystal face of the film in the (200) crystal face.

**SOLUTION:** When this coated material is used as a cutting tool or a wear-resistant tool, the base material such as cemented carbide and TiC cermet containing nitrogen is preferable. When the atomic ratio of Ti and Al incorporated in the coating film is 48-75: 52-25, the hardness becomes high, the peelability resistance, the oxidation resistance and the thermal impact resistance are excellent, and the service life becomes excellent. In the case of a rotary cutting tool of heavy-duty applications, the film thickness is preferably 0.5-5 µm. The strength ratio of the (200) crystal face to the (111) crystal face in a case of the X-ray diffraction from the film surface, is preferably 2-100.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 02.09.1999

\* NOTICES \*

JPO and NCIPPI are not responsible for any  
damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

## DETAILED DESCRIPTION

---

### [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the crystal stacking tendency hard covering member which covered the coat of the compound which becomes by the nitride of the titanium and aluminum which grew up the crystal face (200) on the base material of a metal, an alloy, or a ceramic sintered compact, carbon nitride, the nitric oxide, the carbonation object, and the charcoal nitric oxide (TiAl). Specifically A metal, The coat of the high degree of hardness excellent in peeling resistance and the compound (TiAl) of high toughness is covered on the base material of an alloy or a ceramic sintered compact. For example, a lathe-turning tool, a milling cutter tool, a drill, the tool for cutting represented by the end mill, It is related with the crystal stacking tendency hard covering member optimal as an engineering-works construction tool represented by cutting cutting edges, such as a slitting machine, a decision cutting edge, mold tools, such as a dice and punch, the tool for antifriction represented by corrosion-proof antifriction members, such as a nozzle, the bit for tunnel excavation, and the construction tool.

[0002]

[Description of the Prior Art] Thickness covers the coat of the ceramics 20 micrometers or less on a metal, an alloy, and the base material of the ceramics, each property of a base material and a coat is pulled out effectively, and many covering members which were going to attain the longevity life are proposed. When the approach of covering a coat to this covering member is divided roughly, it has chemical vapor deposition (CVD method) and physical vapor deposition (PVD). The coat covered especially with PVD has the advantage which raises abrasion resistance among these, without degrading the reinforcement of a base material. Therefore, the present condition is that the coat of reinforcement, the drill which attaches importance to defect resistance, an end mill, and the covering cutting tool represented by the throwaway tip for milling cutters is generally covered with PVD.

[0003] In order to raise abrasion resistance from the former, covering the coat of Ti compound which makes titanium nitride representation is known well. However, the metal nitride which makes titanium nitride representation tends to oxidize at an elevated temperature, and has the problem that abrasion resistance deteriorates remarkably. The thing about the covering member represented by the coat of a compound (TiAl) is one of those which were proposed from the middle of the 1980s by making the problem of oxidation of this titanium nitride coat into improvement \*\*\*\*\*, and JP,62-56565,A, JP,6-210502,A, JP,6-210511,A, and JP,7-197235,A are in them as that typical thing.

[0004] On the other hand, crystal orientation of the coat covered on the surface of a base material is carried out, raising the adhesion of a coat is proposed, and JP,56-156767,A, JP,2-159363,A, JP,5-287322,A, JP,5-287323,A, and JP,5-295517,A are one of the typical thing.

[0005]

[Problem(s) to be Solved by the Invention] (TiAl) It is indicated about the surface coating hard member excellent in the abrasion resistance which formed in JP,62-56565,A, JP,6-210502,A, JP,6-210511,A, and JP,7-197235,A as advanced technology about the coat of a compound the hard coat layer which

becomes on the surface of a base material by one sort of monolayers of the carbide of (TiAl), a nitride, and the carbon nitride, or two or more sorts of multilayers.

[0006] Although the coat of the conventional compound (TiAl) represented by the surface coating hard member of an indication in these official reports is a coat oxidation resistance and whose abrasion resistance improved compared with the coat of Ti compound as the time of development (111) It is the coat of the compound (TiAl) with which the crystal face grew, and since the mechanical property of that the adhesion of a coat and a base material is inferior and the coat itself tends to deteriorate, when it applies to a tool and the cutting tool especially used on severe conditions, there is a problem that cutting-ability ability falls. That is, a surface coating hard member given in this official report While improvement in the chemical property in a coat front face was attained by making aluminum contain in a coat as compared with the coat of Ti compound Since crystal structure-consideration in the interface of a base material and a coat is not carried out, the peeling resistance and reinforcement of a coat are inferior, and the fracture toughness value of a surface coating hard member and defect resistance fall, When it uses as a tool for high speed cutting especially, there is a problem of becoming a short life by joining with oxidation of the coat by the elevated temperature, advance of rapid wear, degradation by thermal shock nature, and \*\*-ed material.

[0007] On the other hand, it is indicated by JP,56-156767,A, JP,2-159363,A, JP,5-287322,A, JP,5-287323,A, and JP,5-295517,A as advanced technology about the coat by which crystal orientation was carried out about the covering hard member which carried out crystal orientation of the coat of Ti compound which becomes with titanium nitride, titanium carbide, and charcoal titanium nitride, and covered it on the surface of the base material.

[0008] Although the adhesion of the covering hard member currently indicated by the official report about such crystal orientation of a coat and a base material is improving by carrying out orientation of the crystal face of a coat, since it is the coat of Ti compound which aluminum does not contain in the coat, it has the problem that the mechanical property of the coat itself is low and it cannot yet be satisfied with the reinforcement, the degree of hardness, the abrasion resistance, the thermal resistance, and the oxidation resistance of a coat.

[0009] This invention is what solved the above troubles, and, specifically, aims at offer of the crystal stacking tendency hard covering member which becomes still longer lasting by covering a coat with high toughness, high degree-of-hardness nature, abrasion resistance, oxidation resistance, thermal shock resistance, defect resistance, and joining-proof nature, and the coat of peeling resistance in a large field until it reaches [ from a low-temperature field ] an elevated-temperature field.

#### [Means for Solving the Problem]

[0010] The covering member which covered the coat of a compound (TiAl) on the base material of cemented carbide this invention persons The place which was examining the problem that the effectiveness would be reduced to demonstrating the effectiveness which was excellent in the rate when it was used in the low-temperature field if it is used in an elevated-temperature field, Although a detailed reason is not clear, the coat of the conventional compound (TiAl) covered on a base material is covering film into which the crystal face (111) was grown up, It contrasts with the coat of the compound (TiAl) into which this (111) crystal face was grown up. The direction of the coat of the compound (TiAl) into which the crystal face was grown up serves as an inclination of a little a high degree of hardness, (200) Wear-resistant reduction not arising and these are compounded and the knowledge of becoming long lasting is acquired until it reaches a hot field from excelling in peeling resistance, oxidation resistance, and thermal shock resistance, and low temperature, and it comes to complete this invention.

[0011] The hard covering member of this invention is characterized by the peak intensity of the crystal face of this coat for which is the covering member which covered the coat which consists of one sort of monolayers in the nitride of titanium and aluminum, carbon nitride, a nitric oxide, a carbonation object, and a charcoal nitric oxide or two or more sorts of multilayers, and it asked according to the X diffraction on the base material having the maximum height in the crystal face (200).

[0012]

[The mode of implementation of invention] The base material in the hard covering member of this

invention in quality of the material If it is the quality of the material which can bear the temperature heated when it is not restricted and a coat is covered especially, for example, a metal member, a sintered alloy, or a ceramic sintered compact, will be satisfactory. Specifically For example, the metal member represented by stainless steel, a heat-resistant alloy, high-speed steel, die steel, Ti alloy, and aluminum alloy, The ceramic sintered compact represented by cemented carbide, a cermet, the sintered alloy represented by the P / M high speed steel, an aluminum<sub>2</sub>O<sub>3</sub> system sintered compact, an Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> system sintered compact, a sialon system sintered compact, and the ZrO<sub>2</sub> system sintered compact can be mentioned. When using as the tool for cutting, or a tool for antifriction, the base material of cemented carbide, a nitrogen content TiC system cermet, or a ceramic sintered compact is [ among these ] desirable.

[0013] Specifically (Ti, aluminum), the presentation component of the coat covered on this base material can mention one sort of monolayers in N, CN (Ti, aluminum), NO (Ti, aluminum), CO (Ti, aluminum), and CNO (Ti, aluminum), or two or more sorts of multilayers. This coat is [ excelling in that the rate of an atomic ratio of the Ti element pair aluminum element which is a metallic element contained in a coat becomes a high degree of hardness for it to be 48-75:52-25, peeling resistance, oxidation resistance, and thermal shock resistance, and ] desirable from becoming long lasting. The case where it consists of stoichiometric composition or non-stoichiometric composition is sufficient as this coat.

[0014]. Moreover, when an X diffraction is carried out from a coat front face, a coat [ in / to the coat of the conventional compound (TiAl) being a coat by which crystal orientation was carried out to the field where the crystal face (111) serves as the greatest peak on the strength (111) / the hard covering member of this invention ] is a coat by which crystal orientation was carried out to the field where the crystal face (200) serves as the greatest peak on the strength (200). If another expression is carried out, the coat in the hard covering member of this this invention When the height of each peak on the strength by the crystal face and the crystal face (111) in an X diffraction (200) is set to h (200) and h (111), in order for what is necessary to be just to have the relation of h(200) > h(111) and to heighten the effectiveness mentioned later (111) It is that it is desirable that the intensity ratio of the crystal face to the crystal face (200) is in the relation between 2-100. That is, it is that it is desirable that the height of each peak on the strength searched for according to the crystal face and the crystal face (111) in an X diffraction (200) has the relation of h(200)/h(111) = 2-100. This coat is that it is desirable that film thickness is 0.5-5 micrometers in the case of the rotation cutting tool which needs to select coating thickness with an application or a configuration, and is represented with the application as a tool by the drill which is an application with desirable especially severe becoming by the film thickness it is thin by 0.1-10 micrometers, an end mill, and the reamer.

[0015] Although it is effective in adhesion of the hard covering member of this invention with the above-mentioned base material improving with the coat by which crystal orientation was carried out, depending on the quality of the material of a base material, the effectiveness over adhesion may almost disappear from the problem represented by the coefficient of thermal expansion. In this case, it is a desirable thing to also make an interlayer intervene between a base material and a coat. As an interlayer, it can form by matter, an inclination presentation component, etc. which have the middle coefficient of thermal expansion of a base material and a coat. Moreover, it is also desirable to form the maximum upper layer in the front face of the coat by which crystal orientation was carried out.

[0016] Specifically, this interlayer can mention TiC, ZrC, HfC, TaC, NbC, VC, WC, Mo<sub>2</sub>C, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, TiN, ZrN, HfN, TaN, CrN and Ti (CN), and C (TiW), C (TiTa), CN (TiTa) and N (TiTa). These interlayers can form as one sort of monolayers, or two or more sorts of multilayers. Between an interlayer and a base material, moreover, a substrate layer with high compatibility with a base material, For example, Ti, TiAl, Ti<sub>3</sub>aluminum, the metal represented by TiAl<sub>3</sub> and W or an alloy, WC, Mo<sub>2</sub>C, Cr<sub>2</sub>N, TaN, VB<sub>2</sub>, NbB<sub>2</sub> and TaB<sub>2</sub>, W<sub>2</sub>B<sub>5</sub>, one sort of monolayers chosen from the ceramics which becomes by the hexagonal crystal structure of MoB<sub>2</sub> and CrB<sub>2</sub> Or it is also desirable to form the substrate layer which becomes in two or more sorts of double layers. As for this interlayer's film thickness, specifically, it is [ that what is necessary is just the film thickness to which the hard film covered on the surface of an interlayer can raise adhesion ] desirable 0.01-5-micrometer thickness and to

become by 0.01-1-micrometer thickness especially.

[0017] The maximum upper layer covered on the front face of the coat by which crystal orientation was carried out It forms for the distinction before and behind coloring of the purpose which raises thermal resistance and oxidation resistance more, and a front face, and use etc. specifically For example, aluminum 2O3, ON (AlSi), N (TiAlSi), ON (TiAlSi), TiC, ZrC, HfC, TaC, NbC, VC and WC, Mo2C, Cr3C2, TiN, ZrN, HfN, TaN, CrN, Ti (CN), (TiW) The case where it becomes by one sort of monolayers in C, C (TiTa), CN (TiTa), and N (TiTa)-or two or more sorts of multilayers can be mentioned. Although the film thickness of this maximum upper layer changes with purposes, specifically, it is desirable to become by 0.1-5-micrometer thickness.

[0018] When producing the hard covering member of this invention, first a base material The metal member represented by the stainless steel marketed from the former, a heat-resistant alloy, high-speed steel, die steel, Ti alloy, and aluminum alloy, The ceramic sintered compact of cemented carbide, a cermet, the sintered alloy of a P / M high speed steel, an aluminum2O3 system sintered compact, an Si3N4 system sintered compact, a sialon system sintered compact, and a ZrO2 system sintered compact is used as a base material. What is necessary is just to use the base material which becomes with P20-P40 which are preferably classified in the use selection criterion of the cemented carbide of JIS B4053, M20-40 and the cemented carbide quality of the material equivalent to K10-K20, and the especially desirable cemented carbide quality of the material equivalent to P30, M20, M30, and K10. After grinding the front face of this base material if needed and performing washing processing by the supersonic wave, an organic solvent, etc., it is producible by covering a coat with the physical vapor deposition (PVD), the chemical vapor deposition (CVD method), or the plasma-CVD method currently performed from the former on a base material.

[0019] When covering a coat on a base material, according to each membranous quality, PVD, a CVD method, or a plasma-CVD method can also be properly used including the substrate layer and interlayer who cover if needed. It is desirable to perform all coats by the PVD represented by the ion plating method or the sputtering method from on a production process among these, and it is desirable to carry out covering processing by the ion plating method, especially the arc ion plating method also in this.

[0020] About the case where the coat in the high intensity covering member of this invention is produced by the ion plating method, if it explains in full detail further, as an evaporation source, two kinds, titanium metal and metal aluminum, may be used independently, and a Ti-aluminum alloy and a TiAl intermetallic compound may be used. Any, such as glow discharge besides arc discharge or high-frequency heating, are sufficient also as the approach of metaled ionization. Nitrogen source gas, such as ammonia containing nitrogen besides the gas for generating a nitride, i.e., nitrogen gas, may be used for the gas used by the ion plating method. When this reactant gas is introduced in a furnace, the metal as an evaporation source, an alloy, and an intermetallic compound are ionized and negative bias is impressed to a base material, it is desirable from membranous crystal orientation becoming easy. In order to form the coat of the compound (TiAl) which raised and carried out crystal orientation of the content of the crystal face (200) especially, adjustment of the partial pressure of the bombardment conditions for washing the base material front face before coat formation, the nitrogen gas at the time of coat formation, and/or nitrogen source gas and the bias voltage to a base material is important.

[0021]

[Function] The coat of the compound (Ti, aluminum) with which orientation of the hard covering member of this invention was carried out to the crystal face (200) raises coat hardness. The operation which eases the stress which carries out the operation which raises the fracture toughness value of the whole film and abrasion resistance, and remains near the interface of a base material and a coat is carried out, and the operation which heightens the residual compression stress to the inside of a coat in the case of the base material which becomes especially by cemented carbide, and raises adhesion with a base material to it is carried out.

[0022]

[Example 1] After it used the cemented carbide (JISB 4053K10 fairly quality of the material) of the configuration SNGA120408 marketed as the base material and the organic solvent washed this base

material front face, it installed in the chamber of arc discharge plasma PVD equipment, and using the fixture which can be covered to coincidence to (flank and a rake face, initial condition in installation) and a chamber was made into the vacuum of temperature:600 degree C and pressure:1x10<sup>-4</sup>Torr, and was held for 60 minutes. Subsequently, it considered as the vacuum of pressure:1x10<sup>-3</sup>Torr, and was referred to as arc current:60A and base material bias:-600V, and bombardment processing was performed by the holding time shown in Table 1. Then, it processed by the pressure written together to Table 1 using the evaporation source of TiAl intermetallic-compound content, the arc current, base material bias, the nitrogen flow rate, and the holding time, the coat was covered on the base material front face, and this invention article 1-16 was obtained.

[0023] Except having made bombardment processing conditions into the vacuum of pressure:1x10<sup>-5</sup>Torr, and having set them to arc current:100A and base material bias:-800V as a comparison, it processed according to the conditions written together to Table 1, and others obtained the comparison article 1 as being the same as that of this invention article 1 almost. In this way, the comparison article 2 and 3 with which the covering film of N marketed (TiAl) is covered was added to the obtained this invention article 1-16 and the comparison article 1, the X diffraction of each coat was carried out, the presentation of a coat and the intensity ratio of the crystal face were investigated, and it checked that it was the result of the intensity ratio of the crystal face of that all (TiAl) coats consist of a presentation of N and a coat showing in Table 2. Moreover, as a result of asking for the rate of an atomic ratio of Ti element and aluminum element which exists in the coat of this invention article 1-16 and the comparison article 1 using X-ray diffractometer and glow-discharge-optical-emission-spectrometry equipment, it was the coat of N which consists of the range of Ti:aluminum=60-62:40-38 mostly (TiAl).

[0024] A scanning electron microscope, a Vickers hardness measurement machine, and the coat friction test machine that scratches and is equivalent to an abrasion tester are used. Subsequently, as the coating thickness of this invention article 1-16 and the comparison article 1-3, measurement of coat hardness, and peeling resistance of a coat It checked that it was the result of measuring the scratch reinforcement which searches for a critical exfoliation load until a coat exfoliates, and that each coating thickness is about 3.0 micrometers, coat hardness, and the scratch reinforcement of a coat showing in Table 2.

[0025] this invention article 1-16 and the comparison article 1-3 are used. Next, \*\*-ed material:S48C (HB [ 205-223 ]), Cutting speed 150 m/min, delivery:0.3 mm/rev, infeed : 1.5mm, Chip configuration: The cutting conditions by SNGA120408 and dry type cutting trial performed the lathe-turning trial, the time of exfoliation of a coat, a chipping, or average flank wear width of face amounting to 0.1mm was made into the life, and it wrote together to Table 2 in quest of the cutting time to a life.

[0026]

[Table 1]

試 料 番 号	ポンバード 時の保持 時間 (min)	成膜条件					
		アーク 電流(A)	チャンバ内 圧力(Torr)	窒素流量 (SCCM)	基材バイアス 電圧(V)	保持時間 (min)	
本 発 明 品	1	10	100	$20 \times 10^{-3}$	200	-80	20
	2	10	100	$20 \times 10^{-3}$	300	-40	22
	3	10	120	$20 \times 10^{-3}$	350	-60	20
	4	10	100	$20 \times 10^{-3}$	350	-35	22
	5	10	100	$25 \times 10^{-3}$	330	-32	22
	6	10	100	$25 \times 10^{-3}$	330	-30	22
	7	10	100	$25 \times 10^{-3}$	380	-28	22
	8	10	100	$28 \times 10^{-3}$	370	-28	22
明 品	9	12	100	$30 \times 10^{-3}$	390	-28	22
	10	15	100	$30 \times 10^{-3}$	390	-25	22
	11	15	100	$30 \times 10^{-3}$	400	-25	22
	12	15	100	$30 \times 10^{-3}$	400	-23	23
	13	15	100	$30 \times 10^{-3}$	380	-20	23
	14	15	100	$30 \times 10^{-3}$	400	-20	24
	15	15	100	$32 \times 10^{-3}$	380	-15	24
	16	15	100	$32 \times 10^{-3}$	380	-10	25
比較1	4	100	$20 \times 10^{-3}$	230	-100	20	

[0027]  
 [Table 2]

試料番号		膜の結晶面強度比 $h(200)/h(111)$	硬度 (HV:0.05)	スクラッチ 強度(N)	切削試験 寿命時間(min)
本発明品	1	1.5	2950	80	15
	2	3.5	2930	80	20
	3	6.0	2890	85	20
	4	7.5	2910	75	20
	5	10.0	2870	80	21
	6	15.0	2930	80	20
	7	20.0	2900	75	20
	8	30.0	2890	80	21
	9	40.0	2950	70	20
	10	50.0	2940	75	20
	11	60.0	2930	70	20
	12	70.0	2920	80	20
	13	80.0	2900	75	20
	14	90.0	2890	70	20
	15	100.0	2880	70	19
	16	105.0	2880	70	16
比較品	1	0.2	2700	30	8
	2	0.5	2780	50	10
	3	0.7	2780	40	10

[0028]

[Example 2] Except having carried out on the conditions which showed the covering conditions of a coat in Table 3, initial condition [ in a chamber ] . and bombardment conditions were processed almost like the conditions of this invention article 3 of an example 1, and this invention article 17-22 with which coating thickness differs was obtained. Moreover, like the example 1, the presentation of the coat of such this invention article 17-22 and the intensity ratio of the crystal face were investigated, and it checked that all (TiAl) coats consist of a presentation of N, and that  $h(200)/h(111)$  which is the intensity ratio of the crystal face of a coat became by about 5.0. As a result of asking for the rate of an atomic ratio of Ti element and aluminum element which exists in the coat of this invention article 17-22 using X-ray diffractometer and glow-discharge-optical-emission-spectrometry equipment similarly, it was the coat of N which consists of the range of Ti:aluminum=60-62:40-38 mostly (TiAl).

Subsequently, like the example 1, the coating thickness of such this invention article 17-22, a coat degree of hardness, the scratch reinforcement of a coat, and the cutting time to a life were found, and the result was shown in Table 4.

[0029]

[Table 3]

試料番号	ポンバード時保持時間(min)	成膜条件					
		アーク電流(A)	チャンバ内圧力(Torr)	窒素流量(SCCM)	基材バイアス電圧(V)	保持時間(min)	
本発明品	17	10	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	8
	18	10	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	12
	19	10	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	18
	20	10	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
	21	10	80	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	26
	22	10	80	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	30

[0030]

[Table 4]

試料番号	被膜厚さ(μm)	硬度(HV:0.05)	スクラッチ強度(N)	切削試験 寿命時間(min)
本発明品	17	0.2	2500	70
	18	1.0	2600	70
	19	3.0	2800	80
	20	5.0	2900	90
	21	8.0	2920	80
	22	8.0	3000	80

[0031]

[Example 3] Except having performed the use target and others in covering conditions of a coat on the conditions shown in Table 5, the initial condition and the bombardment conditions in a chamber were processed almost like the conditions of this invention article 3 of an example 1, and this invention article 23-31 with which the rates of an atomic ratio of Ti element in a coat and aluminum element differ was obtained. Moreover, like the example 1, the presentation of the coat of such this invention article 23-31 and the intensity ratio of the crystal face were investigated, and it checked that all (TiAl) coats consist of a presentation of N, and that the intensity ratios h(200)/h(111) of the crystal face of a coat became by about 5.0. Similarly, using X-ray diffractometer and glow-discharge-optical-emission-spectrometry equipment, it asked for the rate of an atomic ratio of Ti element and aluminum element which exists in the coat of this invention article 23-31, and the result was shown in Table 6. Subsequently, like the example 1, the coating thickness of such this invention article 23-31, a coat degree of hardness, the scratch reinforcement of a coat, and the cutting time to a life were found, and the result was written together to Table 6.

[0032]

[Table 5]

試 料 番 号	使用ターゲ ト 組成成分 (at %)	成膜条件				
		アーク 電流(A)	チャンバ内 圧力(Torr)	窒素流量 (SCCM)	基材バイアス 電圧(V)	保持時間 (min)
本	23 40Ti-60Al	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
	24 50Ti-50Al	100	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	20
	25 60Ti-40Al	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	25
発	26 55Ti-45Al	100	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
	27 60Ti-40Al	100	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
明	28 70Ti-30Al	100	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
	29 75Ti-25Al	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
品	30 80Ti-20Al	80	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
	31 85Ti-15Al	80	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22

[0033]

[Table 6]

試料 番号	被膜中の Ti-Al比率	硬度 (HV:0.05)	スクランチ 強度(N)	切削試験 寿命時間(min)
本	23 45Ti-55Al	2880	80	18
	24 50Ti-50Al	2900	75	21
	25 52Ti-48Al	2870	80	21
発	26 60Ti-40Al	2830	75	20
	27 65Ti-35Al	2820	80	20
明	28 70Ti-30Al	2800	80	19
	29 75Ti-25Al	2790	80	19
品	30 78Ti-22Al	2700	80	15
	31 85Ti-15Al	2650	60	13

[0034]

[Example 4] this invention article 32 was obtained almost like the conditions of this invention article 3 of an example 1 except having used the mixed gas of ammonia gas and methane to having introduced nitrogen gas at the time of covering of a coat. Moreover, this invention article 33 was obtained almost like the conditions of this invention article 3 of an example 1 except having used the mixed gas of ammonia gas and a carbon monoxide to having introduced nitrogen gas at the time of covering of a coat. Furthermore, this invention article 34 was obtained almost like the conditions of this invention article 3 of an example 1 except having used the mixed gas of ammonia gas, methane, and a carbon monoxide to having introduced nitrogen gas at the time of covering of a coat.

[0035] In this way, when the coat of the obtained this invention article 32-34 was investigated like the example 1, the coat of this invention article 32 was the presentation of NC (TiAl), the coat of this

invention article 33 was the presentation of NO (TiAl), and the coat of this invention article 34 was the presentation of NCO (TiAl). As a result of investigating the cutting time to the scratch reinforcement and the life of a coat like an example 1 about this this invention article 32-33, respectively, the almost same inclination as this invention article 3 was shown.

[0036]

[Effect of the Invention] The hard covering member of this invention is contrasted with the comparison article which covered the coat of N (TiAl) which carried out orientation to the conventional crystal face (111). Since the peeling resistance of a coat is excellent and the coat itself has a high degree of hardness, high toughness, abrasion resistance, oxidation resistance, thermal shock resistance, defect resistance, and joining-proof nature, in the field which is equivalent to a high-speed-cutting field from the medium-speed cutting field in this field, it is effective in becoming long lasting. Therefore, the thing for which the hard covering member of this invention has the outstanding effectiveness that a longevity life can be attained in a large field until it reaches [ from the low-speed cutting field which is a field of the conventional covering member ] a high-speed-cutting field, As contrasted with the conventional comparison article, a longevity life is especially expected as the cutting tool for milling cutters, an end mill, and a rotation cutting tool as a drill, moreover, high toughness -- and -- high -- since it is the covering member which covered the degree of hardness coat, the effectiveness which was excellent also in the deep-cuts field from the light cutting field can be demonstrated.

---

[Translation done.]

\* NOTICES \*

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

---

CLAIMS

---

[Claim(s)]

[Claim 1] It is the crystal stacking tendency hard covering member characterized by the peak intensity of the crystal face which asked for this coat according to the X diffraction in the covering member which covered the coat which consists of one sort of monolayers in the nitride of titanium and aluminum, carbon nitride, a nitric oxide, a carbonation object, and a charcoal nitric oxide or two or more sorts of multilayers on a base material having the maximum height in the crystal face (200).

[Claim 2] The above-mentioned base material is a crystal stacking tendency hard covering member according to claim 1 characterized by consisting of cemented carbide or a sintered alloy of a cermet.

[Claim 3] The above-mentioned coat is a crystal stacking tendency hard covering member according to claim 1 or 2 characterized by the intensity ratios of the crystal face to the crystal face (111) (200) searched for according to the X diffraction being 2-100.

[Claim 4] The above-mentioned coat is a crystal stacking tendency hard covering member according to claim 1, 2, or 3 characterized by film thickness being 0.5 micrometers - 5 micrometers.

[Claim 5] The above-mentioned coat is a crystal stacking tendency hard covering member according to claim 1, 2, 3, or 4 to which the rate of an atomic ratio of the Ti element pair aluminum element which is a metallic element contained in this coat is characterized by being 48-75:52-25.

[Claim 6] The above-mentioned hard covering member is a crystal stacking tendency hard covering member according to claim 1, 2, 3, 4, or 5 characterized by being used as a rotation cutting tool.

---

[Translation done.]

(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-317123

(43)公開日 平成10年(1998)12月2日

(51)Int.Cl.<sup>6</sup>  
C 23 C 14/06

識別記号

F I  
C 23 C 14/06

K

B 23 P 15/28  
C 23 C 16/30  
28/04

B 23 P 15/28  
C 23 C 16/30  
28/04

H

A

審査請求 未請求 請求項の数 6 FD (全 9 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願平9-143483

(71)出願人 000221144

東芝タンガロイ株式会社

神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ

ッドスクエア

(22)出願日 平成9年(1997)5月16日

(72)発明者 木幡 譲

神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ

ッドスクエア 東芝タンガロイ株式会社内

(72)発明者 渡辺 敏行

神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ

ッドスクエア 東芝タンガロイ株式会社内

(72)発明者 関 克彦

神奈川県川崎市幸区堀川町580番地 ソリ

ッドスクエア 東芝タンガロイ株式会社内

(54)【発明の名称】 結晶配向性硬質被覆部材

(57)【要約】

【課題】 (TiAl) 化合物の被膜を被覆した従来の被覆部材は、X線回折した場合に (111) 結晶面が最大のピークとなる (111) 結晶面に配向されているために、破壊韌性値が低下すること、特に高速切削用切削工具として用いると、高温による被膜の酸化、急激な摩耗の進行、熱衝撃性による劣化および被削材との溶着により短寿命になるという課題がある。また、結晶配向させた Ti 化合物の被膜を被覆した従来の被覆部材は、膜自体が脆性のために切削用工具のような苛酷な用途では剥離またはチッピングを生じ易くて短寿命になるという課題がある。

【解決手段】 基材の上に、チタンとアルミニウムとの窒化物、炭窒化物、窒酸化物、炭酸化物、炭窒酸化物の中の1種の単層または2種以上の多層からなる被膜を被覆した被覆部材において、該被膜は、X線回折により求めた結晶面のピーク強度が (200) 結晶面に最大高さを有することを特徴とする結晶配向性硬質被覆部材。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 基材の上に、チタンとアルミニウムとの窒化物、炭窒化物、窒酸化物、炭酸化物、炭窒酸化物の中の1種の単層または2種以上の多層からなる被膜を被覆した被覆部材において、該被膜は、X線回折により求めた結晶面のピーク強度が(200)結晶面に最大高さを有することを特徴とする結晶配向性硬質被覆部材。

【請求項2】 上記基材は、超硬合金またはサーメットの焼結合金からなることを特徴とする請求項1記載の結晶配向性硬質被覆部材。

【請求項3】 上記被膜は、X線回折により求めた(111)結晶面に対する(200)結晶面の強度比が2~100であることを特徴とする請求項1または2記載の結晶配向性硬質被覆部材。

【請求項4】 上記被膜は、膜厚さが0.5μm~5μmであることを特徴とする請求項1, 2または3記載の結晶配向性硬質被覆部材。

【請求項5】 上記被膜は、該被膜中に含有する金属元素であるTi元素対Al元素の原子比率が、48~75:52~25であることを特徴とする請求項1, 2, 3または4記載の結晶配向性硬質被覆部材。

【請求項6】 上記硬質被覆部材は、回転切削工具として用いられることを特徴とする請求項1, 2, 3, 4または5記載の結晶配向性硬質被覆部材。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、金属、合金またはセラミックス焼結体の基材上に(200)結晶面を成長させたチタンとアルミニウムとの窒化物、炭窒化物、窒酸化物、炭酸化物、炭窒酸化物でなる(TiA1)化合物の被膜を被覆した結晶配向性硬質被覆部材に関し、具体的には、金属、合金またはセラミックス焼結体の基材上に耐剥離性に優れた高硬度、高韌性の(TiA1)化合物の被膜を被覆して、例えば旋削工具、フライス工具、ドリル、エンドミルに代表される切削用工具、スリッターなどの切断刃、裁断刃とダイス、パンチなどの型工具とノズルなどの耐腐食耐摩耗部材に代表される耐摩耗用工具、トンネル掘削用ピット、建築工具に代表される土木建設用工具として最適な結晶配向性硬質被覆部材に関する。

## 【0002】

【従来の技術】金属、合金およびセラミックスの基材上に厚さが20μm以下のセラミックスの被膜を被覆し、基材と被膜とのそれぞれの特性を有効に引き出して、長寿命を達成しようとした被覆部材が多数提案されている。この被覆部材に被膜を被覆する方法は、大別すると化学蒸着法(CVD法)と物理蒸着法(PVD法)がある。これらのうち、特にPVD法により被覆された被膜は、基材の強度を劣化させることなく耐摩耗性を高める利点がある。そのために、一般に強度、耐欠損性を重要

視するドリル、エンドミル、フライス用スローアウェイチップに代表される被覆切削工具の被膜は、PVD法により被覆されているのが現状である。

【0003】従来から耐摩耗性を向上させるために窒化チタンを代表とするTi化合物の被膜を被覆することはよく知られている。しかしながら、窒化チタンを代表とする金属窒化物は高温で酸化されやすく、耐摩耗性が著しく劣化するという問題がある。この窒化チタン被膜の酸化の問題を改善しようとして1980年代中頃から提案されたものに、(TiA1)化合物の被膜に代表される被覆部材に関するものがあり、その代表的なものとして特開昭62-56565号公報、特開平6-210502号公報、特開平6-210511号公報および特開平7-197235号公報がある。

【0004】一方、基材の表面に被覆する被膜を結晶配向させて、被膜の付着性を高めることが提案されており、その代表的なものとして特開昭56-156767号公報、特開平2-159363号公報、特開平5-287323号公報および特開平5-295517号公報がある。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】(TiA1)化合物の被膜に関する先行技術としての特開昭62-56565号公報、特開平6-210502号公報、特開平6-210511号公報および特開平7-197235号公報には、基材の表面に(TiA1)の炭化物、窒化物および炭窒化物のうちの1種の単層または2種以上の多層でなる硬質被膜層を形成した耐摩耗性に優れた表面被覆硬質部材について開示されている。

【0006】これらの公報に開示の表面被覆硬質部材に代表される従来の(TiA1)化合物の被膜は、開発当初の通りにTi化合物の被膜に比べて耐酸化性および耐摩耗性の向上した被膜ではあるが、(111)結晶面が成長した(TiA1)化合物の被膜であって、被膜と基材との密着性が劣ること、被膜自体の機械的性質が劣化しやすいことから、工具、特に苛酷な条件で用いられる切削工具へ適用した場合に切削性能が低下するという問題がある。つまり、同公報に記載の表面被覆硬質部材は、被膜中にAlを含有させることにより、Ti化合物の被膜に比較して被膜表面における化学的性質の向上を達成した反面、基材と被膜との界面における結晶構造的な配慮がされていないことから、被膜の耐剥離性および強度が劣り、表面被覆硬質部材の破壊韌性値および耐欠損性が低下すること、特に高速切削用工具として用いると、高温による被膜の酸化、急激な摩耗の進行、熱衝撃性による劣化および被削材との溶着により短寿命になるという問題がある。

【0007】一方、結晶配向された被膜に関する先行技術としての特開昭56-156767号公報、特開平2-159363号公報、特開平5-287322号公報

報、特開平5-287323号公報および特開平5-29517号公報には、窒化チタン、炭化チタン、炭窒化チタンでなるTi化合物の被膜を結晶配向して基材の表面に被覆した被覆硬質部材について開示されている。【0008】これらの結晶配向に関する公報に開示されている被覆硬質部材は、被膜の結晶面を配向することにより、被膜と基材との密着性が向上してはいるものの、被膜中にAlが含有されていないTi化合物の被膜であることから、被膜自体の機械的性質が低く、被膜の強度、硬度、耐摩耗性、耐熱性および耐酸化性に未だ満足できないという問題がある。

【0009】本発明は、上述のような問題点を解決したもので、具体的には、低温領域から高温領域に至るまでの広い領域において、高韧性、高硬度、耐摩耗性、耐酸化性、耐熱衝撃性、耐欠損性、耐溶着性のある被膜および耐剥離性の被膜を被覆することにより一層長寿命となる結晶配向性硬質被覆部材の提供を目的とする。

#### 【課題を解決するための手段】

【0010】本発明者らは、超硬合金の基材上に(TiAl)化合物の被膜を被覆した被覆部材が、低温領域で使用すると割合に優れた効果を発揮するのに対し、高温領域で使用するとその効果が低減されるという問題を検討していたところ、詳細な理由は明確ではないが、基材上に被覆される従来の(TiAl)化合物の被膜は(111)結晶面を成長させた被覆膜であること、この(111)結晶面を成長させた(TiAl)化合物の被膜に對比して、(200)結晶面を成長させた(TiAl)化合物の被膜の方が少々高硬度の傾向となること、耐剥離性、耐酸化性、耐熱衝撃性にすぐれること、また低温から高温の領域に至るまで耐摩耗性の低減が生じないと、これらが複合されて長寿命になるという知見を得て、本発明を完成するに至ったものである。

【0011】本発明の硬質被覆部材は、基材の上に、チタンとアルミニウムとの窒化物、炭窒化物、窒酸化物、炭酸化物、炭窒酸化物の中の1種の单層または2種以上の多層からなる被膜を被覆した被覆部材であって、X線回折により求めた該被膜の結晶面のピーク強度が(200)結晶面に最大高さを有することを特徴とするものである。

#### 【0012】

【発明の実施の態様】本発明の硬質被覆部材における基材は、材質的には、特に制限されることはなく、被膜を被覆するときに加熱する温度に耐えることができる材質、例えば金属部材、焼結合金またはセラミックス焼結体ならば問題がなく、具体的には、例えばステンレス鋼、耐熱合金、高速度鋼、ダイス鋼、Ti合金、Al合金に代表される金属部材、超硬合金、サーメット、粉末ハイドロゲンに代表される焼結合金、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系焼結体、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>系焼結体、サイアロン系焼結体、ZrO<sub>2</sub>系焼結体に代表されるセラミックス焼結体を挙げることができ

る。これらのうち、切削用工具または耐摩耗用工具として用いるときには、超硬合金、窒素含有TiC系サーメットもしくはセラミックス焼結体の基材が好ましい。

【0013】この基材上に被覆される被膜の組成成分は、具体的には、例えば(Ti, Al)N、(Ti, Al)CN、(Ti, Al)NO、(Ti, Al)CO、(Ti, Al)CNOの中の1種の单層または2種以上の多層を挙げができる。この被膜は、被膜中に含有する金属元素であるTi元素対Al元素の原子比率が48~75:52~25であると、高硬度になること、耐剥離性、耐酸化性、耐熱衝撃性にすぐれること、長寿命になることから好ましいことである。この被膜は、化学量論組成または非化学量論組成からなる場合でもよい。

【0014】また、被膜表面からX線回折した場合に、従来の(TiAl)化合物の被膜は、(111)結晶面が最大の強度ピークとなる(111)面に結晶配向された被膜であるのに対し、本発明の硬質被覆部材における被膜は、(200)結晶面が最大の強度ピークとなる

(200)面に結晶配向された被膜である。別の表現をすると、この本発明の硬質被覆部材における被膜は、X線回折における(200)結晶面と(111)結晶面によるそれの強度ピークの高さをh(200), h(111)としたときに、h(200) > h(111)の関係にあればよく、後述する効果を高めるために、(111)結晶面に対する(200)結晶面の強度比が2~100の関係にあることが好ましいことである。すなわち、X線回折における(200)結晶面と(111)結晶面により求めた、それぞれの強度ピークの高さがh(200)/h(111)=2~100の関係にあることが好ましいことである。この被膜は、用途または形状により被膜厚さを選定する必要があり、工具としての用途では、0.1~10μmでなる膜厚さでなることが好ましく、特に過酷な用途であるドリル、エンドミル、リーマに代表される回転切削工具の場合には、膜厚さが0.5~5μmであることが好ましいことである。

【0015】本発明の硬質被覆部材は、結晶配向された被膜により前述の基材との密着性が向上するという効果があるが、熱膨張係数に代表される問題から基材の材質によっては密着性に対する効果がほとんどなくなる場合がある。この場合には、基材と被膜との間に中間層を介在させることも好ましいことである。中間層としては、基材と被膜との中間の熱膨張係数を有する物質、傾斜組成成分、などにより形成することができる。また、結晶配向された被膜の表面に最上層を形成することも好ましいことである。

【0016】この中間層は、具体的には、例えばTiC, ZrC, HfC, TaC, NbC, VC, WC, Mo<sub>2</sub>C, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, TiN, ZrN, HfN, TaN, CrN, Ti(CN), (TiW)C, (TiTa)

C, (TiTa)CN, (TiTa)Nを挙げることができる。これらの中間層は、1種の単層または2種以上の多層として形成することができる。また、中間層と基材との間に、基材との親和性の高い下地層、例えばTi, TiAl, Ti<sub>3</sub>Al, TiAl<sub>3</sub>, W, に代表される金属または合金、WC, Mo<sub>2</sub>C, Cr<sub>2</sub>N, TaN, VB<sub>2</sub>, NbB<sub>2</sub>, TaB<sub>2</sub>, W<sub>2</sub>B<sub>5</sub>, MoB<sub>2</sub>, CrB<sub>2</sub>の六方晶結晶構造でなるセラミックスの中から選ばれた1種の単層または2種以上の複層でなる下地層を形成することも好ましいことである。この中間層の膜厚さは、中間層の表面に被覆される硬質膜が密着性を高めることができるものである。この中間層の膜厚さは、中間層の表面に被覆される硬質膜が密着性を高めることができるものである。この中間層の膜厚さは、中間層の表面に被覆される硬質膜が密着性を高めることができるものである。

【0017】結晶配向された被膜の表面に被覆する最上層は、より耐熱性、耐酸化性を高める目的、表面の着色、使用前後の判別等のために形成し、具体的には、例えばAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, (AlSi)ON, (TiAlSi)N, (TiAlSi)ON, TiC, ZrC, HfC, TaC, NbC, VC, WC, Mo<sub>2</sub>C, Cr<sub>3</sub>C<sub>2</sub>, TiN, ZrN, HfN, TaN, CrN, Ti(CN), (TiW)C, (TiTa)C, (TiTa)CN, (TiTa)Nの中の1種の単層または2種以上の多層でなる場合を挙げることができる。この最上層の膜厚さは、目的により異なるが、具体的には、例えば0.1～5μm厚さ、特に0.1～1μm厚さでなることが好ましい。

【0018】本発明の硬質被覆部材を作製する場合に、まず基材は、従来から市販されているステンレス鋼、耐熱合金、高速度鋼、ダイス鋼、Ti合金、Al合金に代表される金属部材、超硬合金、サーメット、粉末ハイストの焼結合金、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系焼結体、Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>系焼結体、サイアロン系焼結体、ZrO<sub>2</sub>系焼結体のセラミックス焼結体を基材とし、好ましくはJIS規格B4053の超硬合金の使用選択基準の中で分類されているP20～P40, M20～40およびK10～K20相当の超硬合金材質、特に好ましくはP30, M20, M30, K10相当の超硬合金材質でなる基材を用いればよい。この基材の表面を、必要に応じて研磨し、超音波、有機溶剤などによる洗浄処理を行った後、従来から行われている物理蒸着法(PVD法)、化学蒸着法(CVD法)またはプラズマCVD法により基材上に被膜を被覆することにより作製することができる。

【0019】基材上に被膜を被覆する場合は、必要に応じて被覆する下地層や中間層を含めて、それぞれの膜質に応じてPVD法、CVD法、またはプラズマCVD法を使い分けることができる。これらのうち、製造工程上から全ての被膜を、イオンプレーティング法またはスパッタリング法に代表されるPVD法で行なうことが好ましく、この中でもイオンプレーティング法、特にアーキイオンプレーティング法で被覆処理することが好ましい。

【0020】本発明の高強度被覆部材における被膜をイオンプレーティング法で作製する場合について、さらに詳述すると、蒸発源としては金属チタン、金属アルミニウムの2種類を独立して用いてもよく、Ti-Al合金、TiAl金属間化合物を使用してもよい。金属のイオン化の方法もアーキ放電の他、グロー放電または高周波加熱などのいずれでもよい。イオンプレーティング法で使用するガスは、窒化物を生成するためのガス、すなわち窒素ガスの他、窒素を含んだアンモニアなどの窒素源ガスを用いてもよい。この反応ガスを炉内に導入し、蒸発源としての金属、合金、金属間化合物をイオン化し、基材に負のバイアスを印加すると膜の結晶配向が容易となることから好ましい。特に、(200)結晶面の含有率を高めて結晶配向した(TiAl)化合物の被膜を形成するためには、被膜形成前の基材表面を洗浄するためのポンバード条件と被膜形成時における窒素ガスおよび/または窒素源ガスの分圧、基材へのバイアス電圧の調整が重要である。

## 【0021】

20 【作用】本発明の硬質被覆部材は、(200)結晶面に配向された(Ti, Al)化合物の被膜が被膜硬さを高め、膜全体の破壊韌性値および耐摩耗性を向上させる作用をし、かつ基材と被膜との界面近傍に残留する応力を緩和する作用をし、特に超硬合金でなる基材の場合は、被膜中の残留圧縮応力を高めて、基材との密着性を高める作用をしているものである。

## 【0022】

【実施例1】市販されている形状SNGA120408の超硬合金(JIS規格B4053のK10相当材質)を基材とし、この基材表面を有機溶剤で洗浄した後、アーキ放電プラズマPVD装置のチャンバー内に設置し、(逃げ面とすくい面へ同時に被覆できる治具を用いて設置)、チャンバー内の初期条件を、温度:600°C、圧力:1×10<sup>-4</sup>Torrの真空とし、60分間保持した。次いで、圧力:1×10<sup>-3</sup>Torrの真空とし、アーキ電流:60A、基材バイアス:-600Vとし、表1に示した保持時間によりポンバード処理を施した。その後、TiAl金属間化合物含有の蒸発源を用いて表1に併記した圧力、アーキ電流、基材バイアス、窒素流量、保持時間により処理して、基材表面に被膜を被覆し、本発明品1～16を得た。

40 【0023】比較として、ポンバード処理条件を、圧力:1×10<sup>-5</sup>Torrの真空とし、アーキ電流:100A、基材バイアス:-800Vとした以外は、表1に併記した条件により処理し、他は本発明品1とほぼ同様として比較品1を得た。こうして得た本発明品1～16と比較品1に、市販されている(TiAl)Nの被覆膜が被覆されている比較品2、3を追加して、それぞれの被膜を、X線回折して、被膜の組成と結晶面の強度比を調査し、被膜が全て(TiAl)Nの組成からなってい

こと、被膜の結晶面の強度比が表2に示した結果であることを確認した。また、X線回折装置およびグロー放電発光分析装置を用いて、本発明品1～16および比較品1の被膜中に存在するTi元素とAl元素の原子比率を求めた結果、ほぼTi : Al = 6.0～6.2 : 4.0～3.8の範囲からなる(TiAl)Nの被膜であった。

【0024】次いで、走査型電子顕微鏡、ピッカース硬度測定機、引っ搔き摩耗試験機に相当する被膜剥離試験機を用いて、本発明品1～16および比較品1～3の被膜厚さ、被膜硬さの測定、ならびに被膜の耐剥離性として、被膜が剥離されるまでの臨界剥離荷重を求めるスク

ラッチ強度を測定し、それぞれの被膜厚さが約3.0μ\*

\* mであること、被膜硬さ、被膜のスクラッチ強度が表2に示した結果であることを確認した。

【0025】次に、本発明品1～16および比較品1～3を用いて被削材：S48C(HB205～223)、切削速度150m/min、送り：0.3mm/re v、切込み：1.5mm、チップ形状：SNGA120408、乾式切削試験による切削条件により旋削試験を行い、被膜の剥離、チッピングまたは平均逃げ面摩耗幅が0.1mmに達したときを寿命とし、寿命までの切削時間を探して表2に併記した。

【0026】

【表1】

試 料 番 号	ポンパード 時の保持 時間 (min)	成膜条件				
		アーク 電流(A)	チャンバ内 圧力(Torr)	窒素流量 (SCCM)	基材バイアス 電圧(V)	保持時間 (min)
本 発 明 品	1	10	100	20×10 <sup>-3</sup>	200	-80
	2	10	100	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40
	3	10	120	20×10 <sup>-3</sup>	350	-50
	4	10	100	20×10 <sup>-3</sup>	350	-95
	5	10	100	25×10 <sup>-3</sup>	330	-32
	6	10	100	25×10 <sup>-3</sup>	330	-30
	7	10	100	25×10 <sup>-3</sup>	380	-28
	8	10	100	28×10 <sup>-3</sup>	370	-28
	9	12	100	30×10 <sup>-3</sup>	390	-28
	10	15	100	30×10 <sup>-3</sup>	390	-25
	11	15	100	30×10 <sup>-3</sup>	400	-25
	12	15	100	30×10 <sup>-3</sup>	400	-23
	13	15	100	30×10 <sup>-3</sup>	380	-20
	14	15	100	30×10 <sup>-3</sup>	400	-20
	15	15	100	32×10 <sup>-3</sup>	380	-15
	16	15	100	32×10 <sup>-3</sup>	380	-10
比較1		4	100	20×10 <sup>-3</sup>	230	-100
						20

【0027】

※※【表2】

試料 番号	膜の結晶面強度比 $h(200)/h(111)$	硬度 (HV:0.05)	スクラッチ 強度(N)	切削試験 寿命時間(min)
本発明品	1	1.5	2950	80
	2	3.5	2930	80
	3	5.0	2890	85
	4	7.5	2910	75
	5	10.0	2870	80
	6	15.0	2980	80
	7	20.0	2900	75
	8	30.0	2880	80
	9	40.0	2950	70
	10	50.0	2840	75
	11	60.0	2930	70
	12	70.0	2920	80
	13	80.0	2900	75
	14	90.0	2890	70
	15	100.0	2880	70
	16	105.0	2880	70
比較品	1	0.2	2700	80
	2	0.5	2780	50
	3	0.7	2780	40

## 【0028】

【実施例2】被膜の被覆条件を、表3に示した条件で行った以外は、チャンバ内の初期条件、およびポンパード条件を実施例1の本発明品3の条件とほぼ同様に処理をして、被膜厚さの異なる本発明品17～22を得た。また、実施例1と同様にして、これらの本発明品17～22の被膜の組成と結晶面の強度比を調査し、被膜が全て( $TiAl$ )Nの組成からなっていること、被膜の結晶面の強度比である $h(200)/h(111)$ が約5.0でなることを確認した。同様にX線回折装置およびグ\*

\* ロー放電発光分析装置を用いて、本発明品17～22の被膜中に存在するTi元素とAl元素の原子比率を求めた結果、ほぼ $Ti:Al=60\sim62:40\sim38$ の範囲からなる( $TiAl$ )Nの被膜であった。次いで、実施例1と同様にして、これらの本発明品17～22の被膜厚さ、被膜硬度、被膜のスクラッチ強度および寿命までの切削時間を求めて、その結果を表4に示した。

## 【0029】

【表3】

11

12

試 料 番 号	ポンパード 時の保持 時間 (min)	成膜条件				
		アーク 電流(A)	チャンバ内 圧力(Torr)	基板流量 (SCCM)	基材バイアス 電圧(V)	保持時間 (min)
本 17	10	80	$20 \times 10^{-3}$	800	-40	8
本 18	10	80	$20 \times 10^{-3}$	300	-40	12
発 19	10	80	$20 \times 10^{-3}$	300	-40	18
明 20	10	80	$20 \times 10^{-3}$	300	-40	22
品 21	10	80	$25 \times 10^{-3}$	800	-40	26
品 22	10	80	$25 \times 10^{-3}$	300	-40	30

【0030】

\* \* 【表4】

試料 番号	被膜厚さ (μm)	硬度 (HV:0.05)	スクランチ 強度(N)	切削試験 寿命時間(min)
本 17	0.2	2500	70	18
本 18	1.0	2600	70	20
発 19	3.0	2800	80	21
明 20	5.0	2900	90	20
品 21	6.0	2920	80	14
品 22	8.0	3000	80	14

【0031】

【実施例3】被膜の被覆条件における使用ターゲットおよびその他を、表5に示した条件で行った以外は、チャンバ内の初期条件およびポンパード条件を実施例1の本発明品3の条件とほぼ同様に処理をして、被膜中のTi元素とAl元素の原子比率の異なる本発明品23～31を得た。また、実施例1と同様にして、これらの本発明品23～31の被膜の組成と結晶面の強度比を調査し、被膜が全て(TiAl)Nの組成からなっていること、被膜の結晶面の強度比  $h(200)/h(111)$  が約※

※5. 0であることを確認した。同様にX線回折装置およびグロー放電発光分析装置を用いて、本発明品23～31の被膜中に存在するTi元素とAl元素の原子比率を求めて、その結果を表6に示した。次いで、実施例1と同様にして、これらの本発明品23～31の被膜厚さ、被膜硬度、被膜のスクランチ強度および寿命までの切削時間を求めて、その結果を表6に併記した。

【0032】

【表5】

13

14

試 料 番 号	使用ターゲ ト 組成成分 (at %)	成膜条件				
		アーク 電流(A)	チャンバ内 圧力(Torr)	窒素流量 (SCCM)	基材バイアス 電圧(V)	保持時間 (min)
本 23	40Ti-80Al	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
本 24	50Ti-50Al	100	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	20
発 25	60Ti-40Al	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	26
発 26	55Ti-45Al	100	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
明 27	60Ti-40Al	100	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
明 28	70Ti-30Al	100	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
品 29	75Ti-25Al	80	20×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
品 30	80Ti-20Al	80	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22
品 31	85Ti-15Al	80	25×10 <sup>-3</sup>	300	-40	22

【0033】

\* \* 【表6】

試料 番号	被膜中の Ti-Al比率	硬度 (HV:0.05)	スクラッチ 強度(N)	切削試験 寿命時間(min)
本 23	45Ti-55Al	2890	80	18
本 24	50Ti-50Al	2900	75	21
発 25	52Ti-48Al	2870	80	21
発 26	60Ti-40Al	2830	75	20
明 27	65Ti-35Al	2820	80	20
明 28	70Ti-30Al	2800	80	18
品 29	75Ti-25Al	2790	80	19
品 30	78Ti-22Al	2700	80	15
品 31	85Ti-15Al	2650	80	13

【0034】

【実施例4】被膜の被覆時に窒素ガスを導入したのに対し、アンモニアガスとメタンガスとの混合ガスを使用した以外は、実施例1の本発明品3の条件とほぼ同様にして、本発明品32を得た。また、被膜の被覆時に窒素ガスを導入したのに対し、アンモニアガスと一酸化炭素との混合ガスを使用した以外は、実施例1の本発明品3の条件とほぼ同様にして、本発明品33を得た。さらに、被膜の被覆時に窒素ガスを導入したのに対し、アンモニアガスとメタンガスと一酸化炭素との混合ガスを使用した以外は、実施例1の本発明品3の条件とほぼ同様にして、本発明品34を得た。

【0035】こうして得た本発明品32～34の被膜を、実施例1と同様にして調べたところ、本発明品32の被膜は、(TiAl)NOの組成であり、本発明品3

34の被膜は、(TiAl)NCOの組成であった。この本発明品32～33について、実施例1と同様に被膜のスクラッチ強度および寿命までの切削時間をそれぞれ調べた結果、ほぼ本発明品3と同様の傾向を示した。

【0036】

【発明の効果】本発明の硬質被覆部材は、従来の(111)結晶面に配向した(TiAl)Nの被膜を被覆した比較品に対比して、被膜の耐剥離性が優れており、かつ被膜自体が高硬度、高韌性、耐摩耗性、耐酸化性、耐熱衝撃性、耐欠損性、耐溶着性を有していることから、この分野での中速切削領域から高速切削領域に相当する領域において、長寿命になるという効果がある。したがって、本発明の硬質被覆部材は、従来の被覆部材の領域である低速切削領域から高速切削領域に至るまで広い領域

15

で長寿命を達成できるという優れた効果があること、従来の比較品に対比して、特にフライス用切削工具、エンドミルおよびドリルとしての回転切削工具として長寿命

16

が期待されること、また高韌性および高硬度な被膜を被覆した被覆部材であることから、軽切削領域から重切削領域においても優れた効果を発揮できるものである。

---

フロントページの続き

(51) Int.Cl.6

識別記号

C 23 C 30/00  
// B 23 B 27/14

F I

C 23 C 30/00  
B 23 B 27/14

C  
A